

AA

Your Ref. 46955-000013

Our Ref.: 16001/US

**U.S. Patent Application No. 10/802,175**

**Abstract for DE 40 23 977**

DE 40 23 977 discloses a method for controlling the concentration of suspensions, emulsions and solutions on the basis of an automatic online measurement procedure. The concentration is determined on the basis of a measurement of the velocity and damping of ultrasound traveling through the liquid medium. Figure 3 of DE 40 23 977 illustrates a measurement device for implementing the above method. A sender 1 and a receiver 2 are connected with an ultrasound measurement device 3 submitting ultrasound signals to a control component 4. The control component 4 is connected with a coupling module 8 for subjecting the liquid medium to the ultrasound. Reference numerals 5, 6 and 7 refer to a key pad, a display and a temperature sensor, respectively.

DE 40 23 977 represents technological background with regard to concentration measurements on the basis of ultrasound measurements only. DE 40 23 977 does not disclose the investigation of a sample from a biological organism for obtaining at least one diagnostic characteristic as claimed in the above U.S. patent application.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

AA



(19) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND

DEUTSCHES  
PATENTAMT

## (12) Offenlegungsschrift

(10) DE 4023977 A1

(51) Int. Cl. 5:

G 01 N 29/18

G 01 N 29/20

G 01 N 29/02

A 23 L 1/035

// C13K 1/06, C08B

30/08

(21) Aktenzeichen: P 4023977.2

(22) Anmeldetag: 25. 7. 90

(43) Offenlegungstag: 6. 2. 92

## (71) Anmelder:

Thiel, Wolfgang, Dr.rer.nat., 1000 Berlin, DE; Dinger, Frank, Dr.rer.nat.; Blume, Thomas, Dipl.-Phys., O-4090 Halle-Neustadt, DE

## (72) Erfinder:

Alig, Ingo, Dr.sc.nat.; Häußler, Gerhard, Dipl.-Chem.; Dinger, Frank, Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., O-4090 Halle, DE; Walther, Lutz, O-4101 Holleben, DE; Blume, Thomas, Dipl.-Phys., O-4090 Halle, DE; Stieber, Frank, Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., O-4601 Zörnigall, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

## (54) Verfahren zur Kontrolle und Steuerung der Konzentration von Suspensionen, Emulsionen und Lösungen

## (57) Verfahren zur Kontrolle und Steuerung der Konzentration von Suspensionen, Emulsionen und Lösungen.

Bislang übliche Meßverfahren weisen einen großen zeitlichen und personellen Aufwand auf. Sie sind deshalb für Echtzeitsteuerungen ungeeignet. Ziel der Erfindung ist es, die Konzentration mittels eines kontinuierlichen, verzögerungsfrei und automatisch arbeitenden Meßverfahrens zu bestimmen. Dazu werden Ausbreitungsgeschwindigkeit und Dämpfungswert eines das Medium durchlaufenden Ultraschallsignals gemessen und über eine vorbestimmte Korrelation die Konzentration bestimmt. Geeignet ist das Verfahren insbesondere zur Prozeßsteuerung von biochemischen Prozessen zur Lebensmittelherstellung.

DE 4023977 A1

DE 4023977 A1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Kontrolle und Steuerung der Konzentration von Suspensionen, Emulsionen und Lösungen bei Prozessen zur Nahrungsmittelherstellung. Die Messung der Konzentration und deren Steuerung wird besonders in solchen Suspensionen, Emulsionen und Lösungen möglich, deren Medieneigenschaften die Anwendung bisher bekannter Verfahren einschränken oder ausschließen. Insbesondere ist das Verfahren für die direkte und verzögerungsfreie Messung und Steuerung unter Prozeßbedingungen geeignet.

Die bislang gebräuchlichste Methode zur Bestimmung der Konzentration von Suspensionen, Emulsionen und Lösungen in der Nahrungsgüterindustrie ist die Dichtemessung, beispielsweise mit einem Schwebekörper (Spindel) und die Verknüpfung der Dichte mit der Konzentration (W. R. Aehnelt: Stärke, Stärkesirup, Stärkezucker; Verlag Theodor Steinkopf Dresden 1951). Weitere Dichtemeßverfahren sind Dichtewaage, hydrostatische Waage, Pyknometer, radiometrische Dichtemeßgeräte und Schwingungsmeßgeräte wie sie beispielsweise beschrieben sind im "Fachlexikon Meßtechnik"; Fachbuchverlag Leipzig 1984. Der entscheidende Nachteil dieser aufgeführten Labormeßverfahren liegt darin, daß sie unter Prozeßbedingungen im allgemeinen nicht anwendbar sind, da der große Zeitbedarf der Meßdurchführung eine für die Echtzeitsteuerung zu große Verzögerung bewirkt.

Ein weiterer Mangel dieser Verfahren besteht darin, daß sie nur beschränkt in fließenden Medien arbeiten und daß sie eine Anfälligkeit gegen Ablagerungen, insbesondere bei Suspensionen und übersättigten Lösungen aufweisen. Nachteilig ist bei den genannten Verfahren weiterhin, daß Gaseinschlüsse in flüssigen Medien sich stets negativ auf die Genauigkeit der Messung auswirken, ebenso wie unvermeidlich auftretende Strömungswiderstände.

Die genannten Verfahren sind praktisch nur im Nebenstrom bzw. mittels diskontinuierlicher Probenahme einsetzbar. Für eine berührungslose Messung im Hauptstrom ist nur die radiometrische Dichtemessung geeignet, die allerdings das Problem der Sicherheit der Meßeinrichtung und deren gefahrloser Handhabung, sowie der radiologischen Belastung der Nahrungsmittel aufwirkt.

Eine weitere Gruppe von Verfahren zur Konzentrations- sowie Feststoffbestimmung beruhen auf optischen Trübungs- oder Absorptionsmessungen (G. Kortüm: Kalorimetrie, Photometrie und Spektrometrie, Berlin-Heidelberg 1982). Diese Methoden sind auf spezielle Stoffsysteme mit geeigneten optischen Eigenschaften beschränkt und nicht allgemein anwendbar.

Im WP DD 2 29 430 wird ein Verfahren beschrieben, mit dem aus der Messung der Dämpfung einer Ultraschallwelle der Biomasseanteil in Fermentationssystemen bestimmt wird. Dieses Verfahren wird zur Kontrolle des Wachstumsprozesses speziell von Hefen und Bakterien eingesetzt. Es beruht auf der Gasfreisetzung infolge der Stoffwechselprozesse während der Fermentation. Diese Gasblasen erhöhen die Dämpfung einer durch das Medium laufenden Ultraschallwelle. Diese Dämpfung wird als Meßgröße genutzt, die Schallgeschwindigkeit bleibt hingegen unberücksichtigt. Für die Mehrzahl der Prozesse in Mehrphasensystemen zur Nahrungsmittelherstellung konnte die Beziehung zwischen Ultraschalldämpfung und Konzentrationsände-

rung allerdings nicht bestätigt werden. Es wurde vielmehr festgestellt, daß das Auftreten von Gaseinschlüssen meist auf irreguläre Prozeßzustände hinweist.

Das Ziel der Erfindung besteht darin, mittels eines kontinuierlichen berührungslosen Meßverfahrens die Konzentration von Suspensionen, Emulsionen und Lösungen zu kontrollieren und auf der Basis jeweils aktueller Meßdaten eine verzögerungsfreie Weiterverarbeitung der Daten zum Zwecke einer optimalen Prozeßführung zu ermöglichen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Konzentration und damit mittelbar die Dichte in diesen Suspensionen, Emulsionen und Lösungen, insbesondere von Stärke und deren Modifikaten bzw. Derivaten, sowie von Folgeprodukten zu ermitteln, wobei diese Messung kontinuierlich, verzögerungsfrei und automatisch erfolgen soll.

Die Aufgabe wurde erfindungsgemäß dadurch gelöst,

- daß die Ausbreitungsgeschwindigkeit eines einer Suspension, Emulsion oder Lösung durchlaufenden Ultraschallsignals gemessen wird,
- daß aus der gemessenen Ausbreitungsgeschwindigkeit über eine vorbestimmte Korrelation die Konzentration bzw. Dichte berechnet wird,
- daß der gemessene Dämpfungswert ein Maß für die Regularität des momentanen Prozeßzustandes ist,
- daß anhand des Ultraschalldämpfungswertes eine Sinnfälligkeitssprüfung des ermittelten Konzentrations- bzw. Dichtewertes durchgeführt wird.

Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung findet sich in den Unteransprüchen. Erfahrungsgemäß liegen in Suspensionen, Emulsionen und Lösungen, wie sie in Prozessen zur Nahrungsmittelherstellung verwandt werden, komplizierte Wechselwirkungs- und Phasenverhältnisse vor. Die Schallgeschwindigkeit in solchen flüssigen Mehrkomponentensystemen hängt im allgemeinen von der Schallgeschwindigkeit in den Einzelkomponenten, deren Wechselwirkung sowie von Druck- und Temperaturverteilung ab. Überraschend wurde gefunden, daß in solchen strukturell komplizierten Systemen die Ausbreitungsgeschwindigkeit eines Ultraschallsignals trotz der zahlreichen Einflußparameter eindeutig und reproduzierbar mit der Konzentration und damit auch mit der Dichte korreliert und mit hoher Genauigkeit bestimmt werden kann. Über Vergleichsmessungen mit herkömmlichen, insbesondere gravimetrischen Verfahren kann somit jedem gemessenen Schallgeschwindigkeitswert ein Konzentrations- bzw. Dichtewert zugeordnet werden. Das aktuelle kontinuierlich anliegende Meßsignal wird weiterverarbeitet und als Signal für die Steuerung der Konzentration im Herstellungsprozeß genutzt.

Der zu wählende Frequenzbereich für das Ultraschallsignal ist von der Dämpfung des Mediums abhängig. Hohe Meßfrequenzen wirken sich günstig auf die zeitliche Auflösung der Ultraschallaufzeitmessung aus. Andererseits steigt die Dämpfung des Signals mit wachsender Frequenz an, so daß sich in Abhängigkeit von den Dämpfungseigenschaften des Meßmediums und der Meßgeometrie eine Obergrenze der Meßfrequenz ergibt. Die Meßfrequenz für die Mehrzahl der Anwendungen liegt im Bereich von 1 MHz bis 50 MHz.

Prozeßbedingte Störungen, insbesondere durch Gasblasen setzen die Ultraschalldämpfung vorübergehend stark herauf. Der Zusammenhang zwischen der gemes-

senen Ultraschallgeschwindigkeit und der Konzentration kann während dieser irregulären Prozeßzustände vorübergehend gestört sein. Die Höhe der Ultraschalldämpfung wird deshalb zur Sinnfälligkeitssanalyse der ermittelten Konzentration herangezogen. Die ermittelte Konzentration wird nur dann für sinnfällig erklärt, wenn der gleichzeitig gemessene Ultraschalldämpfungswert eine bestimmte empirisch ermittelte Toleranzschwelle nicht überschreitet.

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. Bei einer Stärkesuspension wird der Feststoffgehalt durch Zugabe von Stärkepulver geändert. Die Kontrolle des Prozeßablaufes und dessen optimale Steuerung erfordern eine kontinuierliche verzögerungsfreie Bestimmung der Stärkekonzentration. Dazu werden die Ultraschallgeschwindigkeit und die Ultraschalldämpfung bei einer Frequenz von 1 MHz gemessen. Dies geschieht mittels eines Ultraschallmeßsystems im Transmissionsbetrieb und Anwendung des Impulslaufzeitverfahrens bei konstantem Wandlerabstand. Die Ultraschalldämpfung ergibt sich bei konstanter Senderleistung aus dem Empfangspegel am Eingangsverstärker des Empfängers. Fig. 1 zeigt die Zuordnung der gemessenen Ultraschallgeschwindigkeit zum Feststoffgehalt der Stärkesuspension bei zwei verschiedenen Temperaturen. Die Kurven weisen einen in diesem Meßbereich näherungsweise linearen Verlauf auf. Diese gravimetrischen Vergleichsmessungen werden zur Bestimmung der Korrelation an der betreffenden Anlage einmalig durchgeführt. Auf der Basis der so erhaltenen Kalibrierkurve werden die kontinuierlichen Ermittlungen des Feststoffgehaltes unter Echtzeitbedingungen durchgeführt. Die Abhängigkeit der Schallgeschwindigkeit von der Temperatur der Suspension, dargestellt in Fig. 2, wird durch eine Temperaturkorrektur des unmittelbar gemessenen Schallaufzeitwertes kompensiert.

Fig. 3 zeigt das Blockschaltbild einer Ausführungsvariante der Meßeinrichtung. Die Ultraschallmeßeinrichtung 3 arbeitet mit getrenntem Sender 1 und Empfänger 2 im Transmissionsbetrieb. In der Ultraschallmeßeinrichtung 3 wird das analoge Empfangssignal aufbereitet und digitalisiert. Die der gemessenen Laufzeit entsprechenden Daten werden auf ein internes Bussystem gelegt. Mittels der Steuersignale ARDY und ASTB wird 45 der Datenfluß gesteuert. Am internen Systembus ange schlossen ist weiterhin ein auf einem Prozessorsystem basierendes Steuerteil 4, welches mit der Tastatur 5 und der Anzeigeeinheit 6 über eine eigene Bedienperipherie verfügt. Der von der Ultraschallmeßeinrichtung 3 zusätzlich erfaßte Dämpfungswert wird als analoges Signal dem Analogeingang des Koppelmoduls 8 zugeführt. Letzteres erfaßt ebenfalls den von einem Temperaturmeßfühler 7 gemessenen Temperaturwert. Das Koppelmodul 8 ist seinerseits mit dem Steuerteil 4 verbunden. Über die serielle Schnittstelle des Koppelmodul 8 ist eine Weiterleitung der Meßdaten z. B. an ein hierarchisch geordnetes Prozeßleitsystem möglich.

Aus einem im Steuerteil 4 implementierten Verarbeitungs algorithmus resultieren Stelleingriffe zur Zugabe 60 von Stärkepulver. Damit ist ein Regelkreis zur Erreichung eines Konzentrationssollwertes aufgebaut. Aus dem empfangenen Ultraschallimpuls wird gleichzeitig die Pegelhöhe bestimmt und ebenfalls digitalisiert. Der implementierte Verarbeitungs algorithmus führt einen 65 Vergleich mit einem vorbestimmten Grenzwert durch, bei dessen Einhaltung der ermittelte Feststoffgehalt für gültig erklärt wird.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Kontrolle und Steuerung der Konzentration von Suspensionen, Emulsionen und Lösungen bei chemischen Prozessen zur Nahrungsmittelherstellung, dadurch gekennzeichnet,

- daß die Ausbreitungsgeschwindigkeit eines die Suspension, Emulsion oder Lösung durch laufenden Ultraschallsignals gemessen wird,
- daß aus der gemessenen Ausbreitungsgeschwindigkeit über eine vorbestimmte Korrelation die Konzentration bzw. Dichte berechnet wird,
- daß der gemessene Dämpfungswert ein Maß für die Regularität des momentanen Prozeßzustandes ist,
- daß anhand des Ultraschalldämpfungswertes eine Sinnfälligkeitssprüfung des ermittelten Konzentrations- bzw. Dichtewertes durchgeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Korrelation zwischen Ultraschallgeschwindigkeit und Konzentration für das betreffende Stoffgemisch aus einmalig durchzuführenden Vergleichsmessungen mit einer bekannten konventionellen Meßmethode, vorzugsweise gravimetrisch, bestimmt wird.

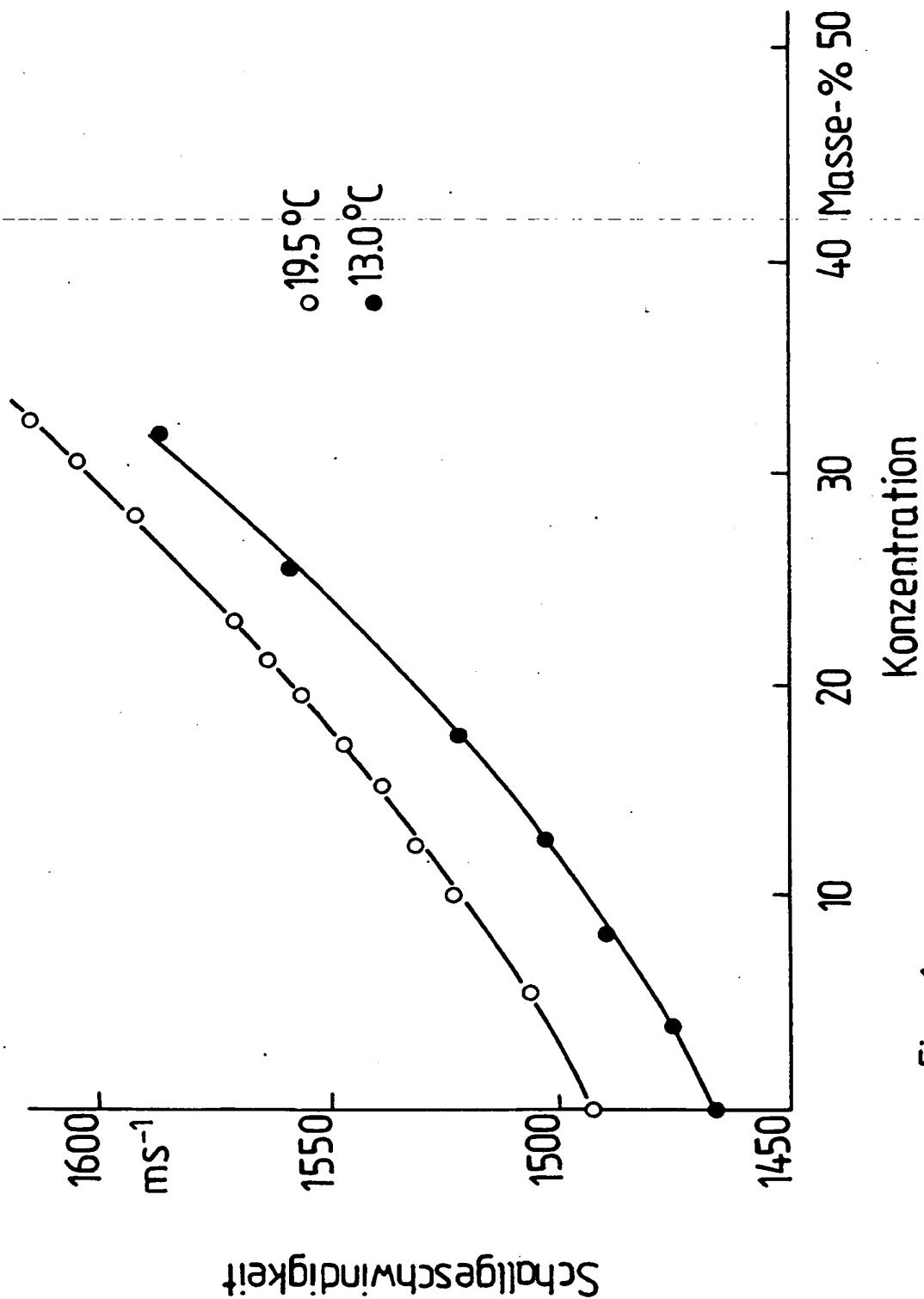
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Korrelation zwischen Ultraschallgeschwindigkeit und Konzentration mit hinreichender Genauigkeit eine lineare Beziehung zu Grunde gelegt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die ermittelte Konzentration oder Dichte als Eingangsgröße eines Steuer- oder Reg elalgorithmus verwandt wird, mit welchem über Stelleingriffe auf den Prozeß mit dem Ziel der Erreichung der Sollwertkonzentrationen eingewirkt wird.

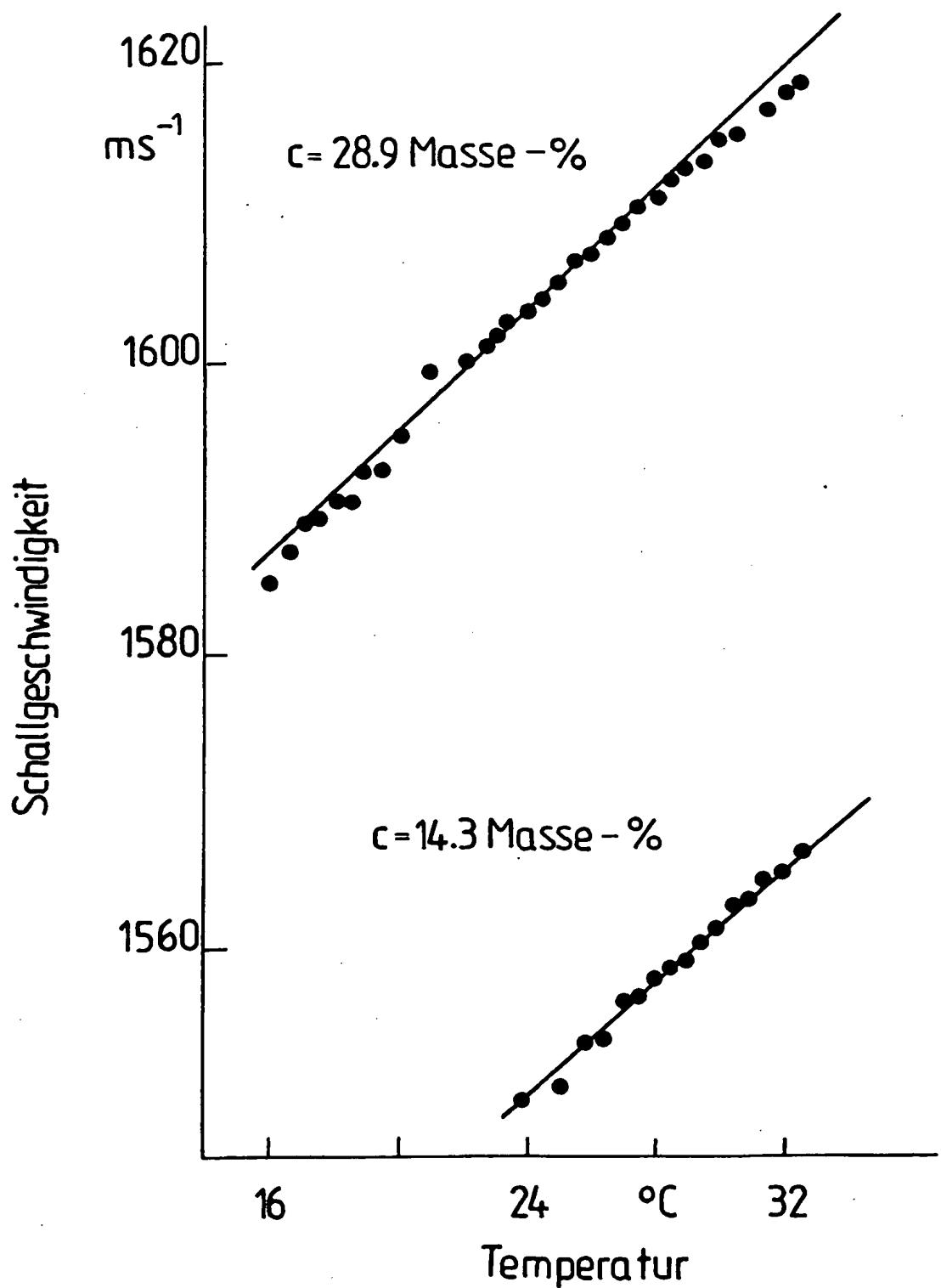
---

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

---



Figur 1



Figur 2

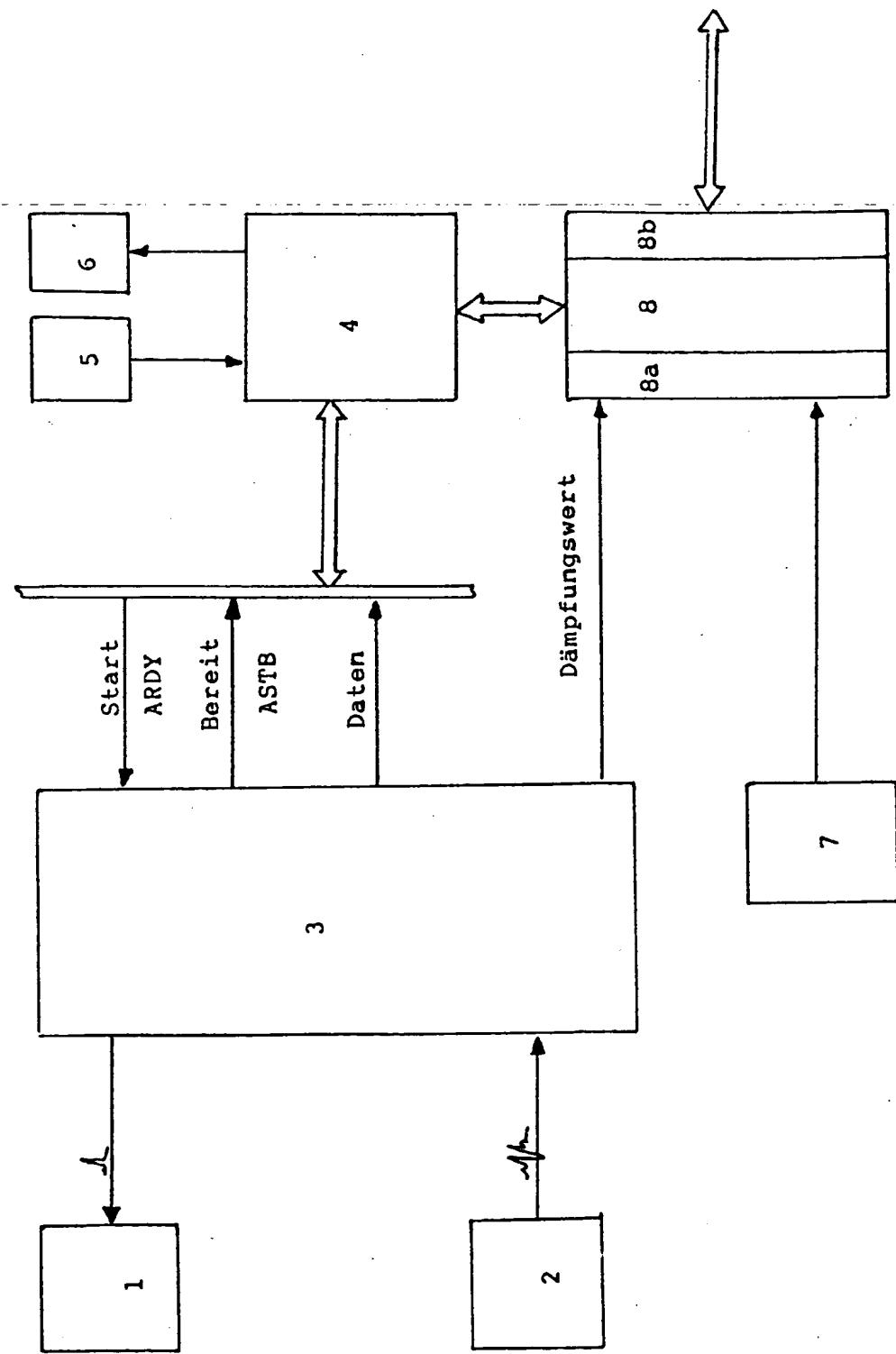


FIG. 3